


**Magnetic core containing powder, used in electrical or electronic instrument, e.g. in car or industrial machine, comprises magnetic iron particles and small amount of binder resin based on polyphenylene sulfide or thermoplastic polyimide**

**Publication number:** DE10207133

**Also published as:**

**Publication date:** 2002-09-12

 JP2002246219 (A)

**Inventor:** TAKADA TAMIO (JP); ISHII KEI (JP)

**Applicant:** HITACHI POWDERED METALS (JP)

**Classification:**

**- international:** *H01F1/33; H01F1/20; H01F1/24; H01F1/26; H01F3/08; H01F41/02; H01F1/12; H01F3/00; H01F41/02; (IPC1-7): H01F3/08*

**- European:** H01F1/24; H01F1/26; H01F3/08

**Application number:** DE20021007133 20020220

**Priority number(s):** JP20010043101 20010220

**Report a data error here**

**Abstract of DE10207133**

Magnetic core containing powder comprises magnetic iron particles and 0.15-1 wt.% binder resin, based on polyphenylene sulfide or thermoplastic polyimide, which integrates the magnetic particles in the core. An Independent claim is also included for a process for producing the core by: (1) making a mixture of magnetic iron particles and 0.15-5 wt.% binder resin; (2) compression molding; and (3) heating to a temperature at which the resin melts.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



①⑨ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 102 07 133 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**H 01 F 3/08**

②① Aktenzeichen: 102 07 133.0  
②② Anmeldetag: 20. 2. 2002  
④③ Offenlegungstag: 12. 9. 2002

**DE 102 07 133 A 1**

③⑩ Unionspriorität:  
2001-043101 20. 02. 2001 JP

⑦① Anmelder:  
Hitachi Powdered Metals Co., Ltd., Matsudo, Chiba,  
JP

⑦④ Vertreter:  
Viering, Jentschura & Partner, 80538 München

⑦② Erfinder:  
Takada, Tamio, Kashiwa, Chiba, JP; Ishii, Kei, Chiba,  
JP

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Pulverhaltiger Magnetkern und Herstellung desselben

⑤⑦ Offenbart wird ein pulverhaltiger Magnetkern, der aus magnetischen Partikeln aus Eisen und einem Bindeharz zusammengesetzt ist, das die magnetischen Partikel in den pulverhaltigen Magnetkern integriert. Der Gehalt des Bindeharzes in dem pulverhaltigen Magnetkern liegt im Bereich von 0,15 bis 1 Masseprozent und das Bindeharz enthält ein Harz, das aus Polyphenylensulfid und thermoplastischem Polyimid ausgewählt wird. Die magnetischen Partikel können eine Schicht einer Phosphorsäureverbindung aufweisen, die auf ihrer Oberfläche aufgebracht ist. Der pulverhaltige Magnetkern wird hergestellt, indem eine Mischung aus den magnetischen Partikeln und dem Bindemittel in Übereinstimmung mit der oben genannten Zusammensetzung hergestellt wird, Druckformen der Mischung und Unterwerfen des erhaltenen Presslings einer Wärmebehandlung, damit das Bindeharz schmilzt.

**DE 102 07 133 A 1**

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft insbesondere einen pulverhaltigen Magnetkern, der ausgezeichnete Formgebungseigenschaften und Weichmagneteigenschaften besitzt und ein Verfahren zur Herstellung desselben.

5 [0002] Mit der Verringerung der Größe und der erhöhten Dichte in den neuesten elektrischen und elektronischen Instrumenten müssen in diesen Instrumenten verwendete Magnetkerne ebenfalls klein sein und aus einem Hochfrequenz-Eisenkernmaterial hergestellt sein, das eine hohe magnetische Flussdichte und magnetische Permeabilität und einen niedrigen Eisenverlust besitzt. Als ein derartiges Magnetkern-Material wird üblicherweise ein Ferritkern verwendet. Allerdings weist dieser den Nachteil einer niedrigen gesättigten magnetischen Flussdichte auf. Im Vergleich zu dem obigen  
10 ist es in einem pulverhaltigen Magnetkern, der durch Abbinden der Partikel einer pulverförmigen Legierung wie Sendust, Permalloy und dergleichen mit einem isolierenden Harz wie Phenolharz, Epoxyharz und dergleichen es möglich, einen Wirbelstromverlust selbst im Bereich von 100 kHz oder mehr zu unterdrücken. Allerdings ist dessen praktische magnetische Flussdichte annähernd höher als die eines Ferritkerns und es ist schwierig, dem Erfordernis der Größenreduktion vollständig zu genügen. Es ist ebenfalls bekannt, dass ein pulverhaltiger Magnetkern, der unter Verwendung eines hochreinen Eisenpulvers als magnetische Partikel hergestellt wird, und der für ein Material eingesetzt wird, der in einem Motoreisenkern oder Trans-Kern eingesetzt wird, eine relativ hohe magnetische Flussdichte besitzt. Als Beispiel eines  
15 obigen sei hier ein weichmagnetisches Komplexmaterial angegeben, das von der Firma Hoeganaes (Handelsmarke: Soft Magnetic Composite CMC) hergestellt wird, und das eine auf Phosphorsäure-Basis extrem dünne Isolierschicht besitzt, die auf der Oberfläche eines hochreinen zerstäubten Eisenpulvers oder eines reduzierten Eisenpulvers ausgebildet wird, mit einem wärmehärtbaren Phenolharz oder thermoplastischem Polyamidharz (Nylon), das als ein Bindeharz verwendet wird. Es ist durch eine hohe magnetisch = Flussdichte, eine hohe magnetische Permeabilität und einen geringen Eisenverlust gekennzeichnet.

[0003] Obwohl der oben beschriebene pulverhaltige Magnetkern billig und vorteilhaft für die Größenreduktion des Magnetkerns ist, besteht bei ihm aufgrund der niedrigen mechanischen Festigkeit eine Neigung zum Auftreten von Rissen und eines Verlusts, wenn mit ihm Schneidarbeiten und Bohrprozesse durchgeführt werden. Seine mechanische Festigkeit neigt bei seiner Verwendung in einer Hochtemperaturumgebung ebenfalls dazu beträchtlich abzufallen. In diesem Zusammenhang sei angemerkt, dass diese Art von Weichmagnetmaterial allerdings häufig in einer Hochtemperaturumgebung verwendet wird, wenn es für Automobile und Industriemaschinen verwendet wird. Daher ist es erforderlich, hohe magnetische Eigenschaft beizubehalten und keine Festigkeitsverringering und Dimensionsveränderung in einer  
30 solchen Umgebung auftreten zu lassen. Ebenfalls ist es erforderlich, eine Materialfestigkeit zu besitzen, so dass es Schneidarbeit und dergleichen standhalten kann und zugleich eine weitere Reduzierung bei den Kosten zu erzielen. Selbstverständlich ist ebenfalls eine hohe magnetische Permeabilität gewünscht, da die verwendete Frequenz relativ hoch ist.

[0004] Angesichts dieser Probleme ist es daher ein vorrangiges Ziel der vorliegenden Erfindung, einen neuartigen pulverhaltigen Magnetkern mit herausragenden magnetischen Eigenschaften und ein Herstellungsverfahren dafür bereitzustellen.

[0005] Um das oben genannte Ziel zu erreichen, umfasst ein erfindungsgemäßer pulverhaltiger Magnetkern: Magnetische Partikel, die Eisen umfassen; und ein Bindeharz, das die magnetischen Partikel in den pulverhaltigen Magnetkern integriert, wobei der Gehalt des Bindeharzes in dem pulverhaltigen Magnetkern im Bereich von 0,15 bis 1 Massenprozent liegt, und das Bindeharz ein Hauptharz umfasst, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Polyphenylensulfid und thermoplastischem Polyimid besteht.

[0006] Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Herstellung eines pulverhaltigen Magnetkerns umfasst: Herstellung einer Mischung von Eisen umfassenden magnetischen Partikeln und einem Bindeharz, das ein Hauptharz umfasst, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Polyphenylensulfid und thermoplastischen Polyimid besteht, wobei der Gehalt des Bindeharzes in der Mischung im Bereich von 0,15 bis 1 Massenprozent liegt; Druckformen der Mischung, um die magnetischen Partikel in einem Pressling der Mischung zu integrieren; und Unterwerfen des Presslings der Mischung einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur, bei der das Bindeharz schmilzt, wodurch der pulverhaltige Magnetkern hergestellt wird.

[0007] Die Merkmale und Vorteile des pulverhaltigen Magnetkerns und des Herstellungsverfahrens gemäß der vorliegenden Erfindung gegenüber dem genannten Stand der Technik wird besser durch die folgende Beschreibung der bevorzugten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung in Zusammenhang mit der beigefügten Zeichnung verstanden.

[0008] Fig. 1 zeigt eine graphische Darstellung zur Veranschaulichung einer Beziehung zwischen effektiver magnetischer Permeabilität und dem Gehalt von PPS Harz in dem pulverhaltigen Magnetkern, der durch Abbinden der Partikel eines mit einer Phosphorsäureverbindung beschichteten Eisenpulvers mit einem PPS Harz hergestellt wird.

55 [0009] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben eine intensive Suche für die Lösung der oben genannten Probleme bei einem konventionellen pulverhaltigen Magnetkern durchgeführt, und sie sind zu dem Schluss gekommen, dass die oben genannten Probleme gelöst werden können, indem die Auswahl und die Menge eines Bindeharzes, eine Art des Harzpulvers und eine Mischweise davon kontrolliert wird, was zum Abschluss der vorliegenden Erfindung führte.

[0010] Jetzt werden Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung im Detail beschrieben. Bei der Beschreibung werden in dieser Reihenfolge zunächst Details des magnetischen Pulvers, des Bindeharzes und des Gehalts davon, das Mischen des magnetischen Pulvers und des Bindeharzes, das Druckformen, die Wärmebehandlung und die stabilisierende Wärmebehandlung gemäß der vorliegenden Erfindung beschrieben. Anschließend werden typische Experimente als Beispiele beschrieben, um die Verdienste der Erfindung besser zu veranschaulichen.

## 65 1. Magnetisches Pulver

[0011] Für die magnetischen Partikel können zahlreiche Eisenpulver eingesetzt werden, die durch allgemeine Herstellungsverfahren wie Zerstäubung (Atomization), Reduktionsverfahren und dergleichen erhalten werden. Die Partikel-

größe des Eisenpulvers wird in geeigneter Weise in Abhängigkeit von der erforderlichen magnetischen Flussdichte und dem zu verwendenden Frequenzbereich ausgewählt. Im Allgemeinen wird eine Partikelgröße im Bereich von 200 µm, oder weniger, der üblicherweise in der Pulvermetallurgie anwendbar ist, auf geeignete Weise verwendet und eine Partikelgröße von 150 µm oder weniger wird bevorzugt, wenn man die Verdichtbarkeit berücksichtigt. Darüber hinaus werden, wenn die Partikelgröße des Eisenpulvers gering wird, der Wirbelstromverlust verringert und die Hochfrequenzeigenschaften verbessert. Angesichts dieses Merkmals ist eine Partikelgröße von 100 µm oder weniger bevorzugt. Obwohl es nicht besonders erforderlich ist, die Verwendung von kleineren Partikeln einzuschränken, kann ein Pulver mit einer Partikelgrößenverteilung, die einen großen Anteil kleiner Partikel enthält, eine Beeinträchtigung der Verdichtbarkeit des Pulvers und der Fließfähigkeit des Pulvers verursachen und keinen pulverförmigen magnetischen Kern mit hoher Dichte liefern. Demgemäß ist es bevorzugt, ein Pulver einzusetzen, in dem die Partikelgröße 10 µm oder mehr beträgt.

[0012] Das Eisenpulver, das eine Schicht aus einer Phosphorsäureverbindung auf seiner Oberfläche trägt, besitzt dahingehend einen Vorteil, dass die Schicht als ein Isolator wirkt, um die Erzeugung von Wirbelstrom zwischen den Eisenpartikeln zu unterdrücken und, aufgrund der Anwesenheit von Bindeharz, kann der Effekt, die Erzeugung von Wirbelstrom zu unterdrücken, weiter zunehmen, und sich die Hochfrequenzeigenschaften weiter verbessern. Als die zur Herstellung einer Schicht verwendete Phosphorsäureverbindung sind Eisenphosphat, Manganphosphat, Zinkphosphat, Calciumphosphat und dergleichen geeignet. Ferner ist es problemlos möglich, kommerziell erhältliche Eisenpulver, die eine Schicht aus einer Phosphorsäureverbindung auf ihrer Oberfläche tragen, zu verwenden. Als Beispiele seien Eisenpulver, die von der Firma Hoeganaes hergestellt werden (Handelsname: Permite, Somaloy) und dergleichen genannt.

## 2. Bindeharz

[0013] Als Bindeharz ist Polyphenylensulfid (nachfolgend hier als PPS bezeichnet), das eine ausgezeichnete Wärmebeständigkeit besitzt, geeignet und thermoplastisches Polyimid (nachfolgend als thermoplastisches PI bezeichnet) zeigt ebenfalls gute Eigenschaften und ist daher auch geeignet. Bei Verwendung eines pulverhaltigen Magnetkerns über einen langen Zeitraum in einer Umgebung, in der die Temperatur 180°C übersteigt, ist zu befürchten, dass sich die Form und die Abmessungen des pulverhaltigen Magnetkerns mit der Zeit verändern können, und dass eine Verringerung in der apparenten Isolierfähigkeit auftreten kann. Für die erstgenannte wird angenommen, dass sie durch die verbleibende Spannung verursacht wird, die auf komplizierte Weise während des Druckformens erzeugt wird, und für die letztgenannte wird angenommen, dass sie möglicherweise durch die Verringerung der Dicke des Isolierharzes zwischen den magnetischen Partikeln aufgrund erhöhter Temperatur verursacht wird. Allerdings ist es möglich, diese Probleme zu lösen und die Eigenschaften des pulverhaltigen Magnetkerns zu verbessern, wenn das obengenannte Harz, nämlich PPS oder thermoplastisches PI mit einem anderen Harz vermischt wird, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als die des zuvor genannten Harzes, um so die Harzmischung als Bindeharz zu verwenden. Es wird angenommen, dass der Mechanismus für diese Verbesserung darin liegt, dass sich die Harzphase zwischen magnetischen Pulverpartikeln (Eisenpartikeln) in einem Kompositzustand befindet, dass mehrere Harze mit unterschiedlicher thermischer Charakteristik enthalten sind und es dieser Zustand dem Magnetkern nicht einfach macht, Deformationen und Versetzungen während des Einsatzes zu verursachen. Der Gehalt des zusätzlichen Harzes, dessen Glasübergangstemperatur höher ist, ist auf einen Bereich vorzugsweise beschränkt, der die Menge des Hauptharzes, dass heißt des PPS oder des thermoplastischen PI, nicht übersteigt. Das Mischen von PPS mit thermoplastischem PI zur Verwendung für das Bindeharz entspricht ebenfalls dieser technischen Idee.

[0014] In Übereinstimmung mit der obigen Ausgestaltung wird der pulverhaltige Magnetkern der vorliegenden Erfindung hergestellt, indem die Partikel eines Eisenpulvers oder eines Eisenpulvers, das auf seiner Oberfläche eine Schicht mit einer Phosphorsäureverbindung trägt, mit einem Bindeharz abgebunden werden, und er ist dadurch gekennzeichnet, dass das oben genannte Bindeharz unter den folgenden Gesichtspunkten des Harzes ausgewählt werden kann, und der Harzgehalt 0,15 bis 1 Massenprozent, bezogen auf die Gesamtmasse des pulverhaltigen Magnetkerns beträgt.

- (1) PPS oder thermoplastisches PI.
- (2) Eine Mischung von PPS und thermoplastischem PI.
- (3) Eine Mischung von PPS und einem Harz, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als diejenige von PPS oder alternativ dazu, eine Mischung aus thermoplastischem PI und einem Harz, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als diejenige von thermoplastischem PI.
- (4) Eine Mischung PPS und thermoplastischem PI und einem Harz, dessen Glasübergangstemperatur zumindest höher ist als diejenige von PPS.

[0015] Bei der oben genannten Ausgestaltung kann das zusätzliche Harz, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als diejenige des Hauptharzes wie folgt spezifiziert werden. Als das Harz, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als diejenige von thermoplastischem PI, ist nämlich ein beliebiges nicht thermoplastisches Polyimidharz, ein Polyamidimidharz und Polyaminobismaleinimidharz einsetzbar. Als das Harz, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als diejenige von PPS, kann ein beliebiges Harz ausgewählt aus Polyphenylenoxid, Polysulfon, Polyethersulfon, Polyarylat, Polyetherimid sowie Harze eingesetzt werden, die oben als diejenigen angegeben sind, deren Glasübergangstemperatur höher liegt als die des oben genannten thermoplastischen Polyimid. Bei der oben genannten Ausgestaltung kann der Gehalt des Harzes, des Glasübergangstemperatur höher ist als diejenige von PPS oder thermoplastischem Polyimid, die Hälfte oder weniger der gesamten Harzmenge betragen (entsprechend 0,15 bis 1 Massenprozent des magnetischen Kernes).

[0016] Die repräsentativen Werte der Glasübergangstemperatur (differentielle Kalorie durch differentielle Scanning-Kalometrie (DSC)) der oben genannten Harze sind in Tabelle 1 gezeigt.

Tabelle 1

5	Harzart	Glasübergangstemperatur (in °C)
	PPS	90
	Thermoplastisches PI	250
10	Polyamidimid	280
	Polyaminobismaleinimid	270
15	Nicht-thermoplastisches Polyimid	260
20	Polyethersulfon	225
	Polyetherimid	217
25	Polyphenylenoxid	210
	Polyarylat	193
30	Polysulfon	190

### 3. Gehalt des Bindeharzes

[0017] Der Gehalt des Bindeharzes (ein einfaches Harz oder eine Harzmischung) liegt geeigneterweise im Bereich von 0,15 bis 1 Massenprozent, basierend auf der Gesamtmenge des magnetischen Pulvers und des Bindeharzes. Wenn er geringer als 0,15 Massenprozent ist, ist der Effekt des Abbindens und Isolierens der Partikel des magnetischen Pulvers gering und die Festigkeit des pulverhaltigen Magnetkerns ist ungenügend, was zu einem Magnetkern führt, bei dem die Isolierung zwischen dem magnetischen Pulverpartikeln schlecht ist. Im Gegensatz dazu, ist, falls der Gehalt des Bindeharzes oberhalb ein Massenprozent liegt, der Anteil der magnetischen Partikel, die den magnetischen Kern besetzen, niedrig und die Dichte der magnetischen Partikel ist gering, obwohl die Festigkeit und die Isoliereigenschaften des pulverhaltigen Magnetkerns hoch sind. Demzufolge ist es schwierig, hohe magnetische Flussdichte und magnetische Permeabilität bereitzustellen.

[0018] In Zusammenhang mit der magnetischen Permeabilität des Magnetkerns sei angemerkt, dass die Permeabilität für niedrige Frequenz im Bereich von ungefähr 50 Hz abnimmt, wenn der Gehalt an Harz zunimmt. Im Gegensatz dazu zeigt die magnetische Permeabilität für Hochfrequenz im Bereich von ungefähr 5 kHz bei einem Harzgehalt von 0 einen Wert, der deutlich niedriger ist als derjenige für Niedrigfrequenz, und er erhöht sich entsprechend, wenn der Harzgehalt zunimmt, und zeigt den Maximalwert bei einem Harzgehalt von ungefähr 0,3 Massenprozent, was annähernd derselbe ist wie derjenige für Niedrigfrequenz. Falls der Harzgehalt weiter von 0,3 Massenprozent ansteigt, nimmt entsprechend die magnetische Permeabilität für Hochfrequenz allmählich in derselben Art ab, wie diejenige für Niedrigfrequenz und wird im Bereich des Harzgehaltes, der oberhalb 1 Massenprozent liegt geringer als diejenige bei einem Harzgehalt von null. Auch vom Standpunkt der oben beschriebenen Beziehung zwischen dem Harzgehalt und der magnetischen Permeabilität gesehen, kann der optimale Gehalt des Bindeharzes im Bereich von 0,15 bis 1 Massenprozent bestimmt werden, und ein Harzgehalt von ungefähr 0,3 Massenprozent ist ganz besonders bevorzugt. Die Dichte des Bindeharzes (oder der Harzmischung) beträgt wünschenswerter Weise 7,35 g/cm<sup>3</sup> oder mehr.

### 4. Mischen des magnetischen Pulvers und des Bindeharzes

[0019] Das Bindeharz isoliert die magnetischen pulverförmigen Partikel, um die Erzeugung von Wirbelströmen zu unterdrücken. Im Falle der Verwendung eines Eisenpulvers, das auf seiner Oberfläche eine Schicht einer Phosphorsäureverbindung trägt, besteht die Möglichkeit, dass die Isolierung mit der Phosphorsäureverbindung durch Abblättern und Abfallen während des Druckformens des Pulvers aufgebrochen werden kann. Allerdings kann die Isolierung trotzdem durch die Gegenwart des Bindeharzes gehalten werden, damit sie weiter auf die Unterdrückung der Erzeugung von Wirbelströmen einwirkt.

[0020] Das Bindeharz kann für das Mischen in Pulverform eingesetzt werden. In diesem Fall, falls die Partikelgrößenverteilung des Bindeharzes äquivalent oder feiner ist als die des magnetischen Pulvers, kann das Mischen gut durchgeführt werden, um einen geeignet vermischten Zustand zu liefern und die Beeinträchtigung der magnetischen Eigenschaften durch Wärme nimmt ebenfalls ab. Zur Verbesserung der Isoliereigenschaften zwischen den magnetischen Partikeln beträgt die Partikelgröße des Bindeharzes vorzugsweise 60 µm oder weniger. Es ist ebenfalls vorzuziehen, eine Misch-

weise dergestalt zu verwenden, dass ein organisches Lösungsmittel mit einer starken Polarität wie N-Methyl-2-Pyrrolidon und dergleichen mit dem Bindeharz vermischt wird, um ein Material mit niedriger Viskosität zu erzeugen und dies wird auf dem Eisenpulver bereitgestellt, um magnetische Partikel, die mit einer notwendigen Menge an Bindemittel beschichtet sind, zu erzeugen, indem eine Beschichtungsvorrichtung in der Art eines Fließbett oder eines Rührmischers verwendet und anschließend die Mischung getrocknet wird.

[0021] Alternativ dazu ist es ebenfalls möglich, das Eisenpulver zu beschichten, indem das Bindeharz verwendet wird, das ein organisches Lösungsmittel enthält, und dann zu trocknen, um ein mit Harz beschichtetes Eisenpulver bereitzustellen, derart, dass der Gehalt an Bindeharz kleiner ist als der oben genannte Gehalt in der obigen Beschreibung, und ferner dieses mit Harz beschichteten Eisenpulvers mit einem anderen Teil des Bindeharzpulvers zu mischen, um den Gehalt an Bindeharz auf den oben genannten Bereich einzustellen. Die Harzschicht, die unter Verwendung des ein organisches Lösungsmittel enthaltenden Bindeharzes bereitgestellt wird, verleiht eine bessere Isolierfähigkeit. Wenn die Dicke der Harzschicht ungefähr 20 nm oder weniger beträgt, nimmt die Erzeugung von Wirbelströmen ab, und eine Harzschicht mit einer Schichtdicke von 20 nm wird erhalten durch Mischen der Harzlösung derart, dass der Gehalt an Bindeharz ungefähr 0,15 Massenprozent beträgt. Falls die Dicke der Harzschicht 200 nm übersteigt, wird allerdings die Verdichtbarkeit des Pulvers verschlechtert, was zu der Erzeugung eines pulverhaltigen Magnetkerns mit ungenügenden magnetischen Eigenschaften führt. Die oben beschriebene Ausgestaltung, bei der das mit dem Bindeharz beschichtete magnetische Pulver ferner mit einem zusätzlichen Bindeharzpulver vermischt wird, erzielt einen Schutz der Harzbeschichtung, um die magnetischen Eigenschaften noch zu verbessern.

## 5. Druckformen

[0022] Das harzbeschichtete oder mit Harz vermischte magnetische Pulver wird unter Verwendung einer Form unter Druck geformt. Beim Druckvorgang ist es wünschenswert, zuvor auf der Oberfläche der Form ein Presswerkzeug--Schmiermittel (Entformungsmittel) wie Zinkstearat, Ethylenbisstearinamid und dergleichen aufzutragen, das üblicherweise bei der Pulvermetallurgie durch elektrostatische Anwendung oder dergleichen verwendet wird zur Verbesserung der Verdichtbarkeit und Reibungsverminderung beim Herauslösen des Presslings. Darüber hinaus werden zur Formgebung eines Presslings mit hoher Dichte die folgenden Aspekte beim Formen veranschaulicht. In einem ersten Aspekt wird die Formgebung unter Erwärmen auf eine Temperatur durchgeführt, bei der kein Schmelzen des Bindeharzes stattfindet. In einem zweiten Aspekt wird ein mit Harz beschichtetes oder mit Harz vermisches Eisenpulver einem primäre Druckformen ohne Erwärmen unterworfen und anschließend einem sekundären Druckformen unter Erwärnung auf eine Temperatur, bei der kein Schmelzen des Bindeharzes stattfindet. In einem dritten Aspekt wird das Druckformen durchgeführt unter Erwärmen auf eine Temperatur in einem Bereich beginnend mit der Temperatur, bei der ein Erweichen des Bindeharzes beginnt, bis zu der Temperatur, bei der das Schmelzen des Bindeharzes beginnt. Darüber hinaus wird der geformte Pressling nach dem Druckformen einer Wärmebehandlung als einer Nachbehandlung unterworfen. Die Nachbehandlung kann nach dem Abkühlen des geformten Presslings auf Normaltemperatur oder im Anschluss an das Druckformen durchgeführt werden. Die Ausführungsform, bei der geformte Pressling direkt zu der Wärmebehandlung überführt werden, während der geformte Pressling immer noch heiß ist, ist vernünftig, da die Wärmeenergie aufgespart werden kann und die Abkühlzeit wegfällt.

## 6. Wärmebehandlung

[0023] Die Wärmebehandlung ist ein Prozess, der für das Schmelzen und weitere Kristallisieren des Bindeharzes durchgeführt wird, um die Harzeigenschaften des Bindeharzes zu stabilisieren. Erwärmungstemperatur und Erwärmungsdauer werden in Abhängigkeit von der Art des Harzes ausgewählt. Im Detail liegt die Erwärmungstemperatur im Bereich beginnend mit der Schmelztemperatur des Harzes bis zur maximalen Temperatur, bei der keine thermische Beeinträchtigung auftritt. Speziell beträgt der Temperaturbereich 250° bis 400°C im Falle der Verwendung von PPS und 300° bis 450°C im Falle von thermoplastischen PI. Die Erwärmungszeit beträgt üblicher Weise ungefähr 0,5 bis 1 Stunde.

[0024] Es ist möglich, die Wärmebehandlung in Luft durchzuführen. Allerdings ist möglich, dass die Gegenwart von Sauerstoff in der Umgebungsatmosphäre die Festigkeit des Harzes verringern kann und die mechanischen Eigenschaften eines Harzes erniedrigen kann. Der Grund dafür ist, dass Sauerstoff eine Polymerisationsreaktion des Harzes entwickeln kann, die dazu neigt, ein gasförmiges Kondensat zu bilden, und ebenfalls Blasen davon auszubilden, die im Harz verbleiben. Daher ist es bevorzugt, dass vor dem Erwärmen in der Luft der geformte Pressling in einer Inertgas-Atmosphäre wie Stickstoffgas und dergleichen erwärmt wird. Falls der geformte Pressling in einer Atmosphäre von verminderten Druck erwärmt wird, kann die Sauerstoffmenge in der Atmosphäre erniedrigt werden und, selbst wenn ein gasförmiges Kondensat erzeugt wird, ist es möglich, dass es aus dem Harz freigesetzt wird. Die Atmosphären unterschiedlicher Art kann für den Einsatz auf geeignete Weise miteinander vereinigt werden. Falls beim Abkühlprozess nach der Wärmebehandlung der Pressling allmählich im Bereich von 320° bis 150°C über einem langen Zeitraum abgekühlt wird, stellt dies gleichzeitig die stabilisierende Wärmebehandlung bereit, die nachfolgend beschrieben wird.

## 7. Stabilisierende Wärmebehandlung

[0025] Die stabilisierende Wärmebehandlung dient der Stabilisierung der Eigenschaften des Bindeharzes, um so es dem pulverhaltigen Magnetkern schwierig zu gestalten, sich bei Verwendung bei hohen Temperaturen zu verändern. Diese Wärmebehandlung umfasst die Regulierung der Temperatur, damit diese in einem Bereich von ungefähr 150° bis 320°C für eine zuvor bestimmte Zeitdauer, insbesondere 1 bis 2 Stunden, gehalten wird. Demzufolge ist es möglich, die stabilisierende Wärmebehandlung während des Abkühlprozesses nach der vorangehenden Wärmebehandlung wie oben beschrieben durchzuführen, indem die Abkühlrate des geformten Presslings so reguliert wird, dass sie 1 bis 2 Stunden für

den Temperaturbereich von ungefähr 320° bis 150°C benötigt. Es ist ebenfalls möglich, die stabilisierende Wärmebehandlung durchzuführen, indem der Pressling nach dem Abkühlen des geformten Pressling erneut der oben genannten Wärmebehandlung unterzogen wird.

[0026] Gemäß der obigen Beschreibung werden einige Ausführungsformen des Verfahren zur Herstellung des pulverhaltigen Magnetkern, die Ausgestaltungscharakteristiken wie unten beschrieben werden, als Beispiele veranschaulicht.

(1) Ein Pulver des Bindeharzes, wie oben erwähnt, wird in einem Verhältnis von 0,15 bis 1 Massenprozent mit einem Eisenpulver oder einem Eisenpulver, das eine Schicht einer Phosphorsäureverbindung auf seiner Oberfläche trägt, vermischt, und die vermischten Pulver werden druckgeformt und einer Wärmebehandlung unterworfen.

(2) Eine Lösung, die durch Auflösen des oben genannten Bindeharzes in einem organischen Lösungsmittel hergestellt wurde, wird mit einem Eisenpulver oder einem Eisenpulver, das eine Schicht einer Phosphorsäureverbindung auf seiner Oberfläche trägt, vermischt, und anschließend getrocknet, um ein mit Harz beschichtetes magnetisches Pulver zu ergeben, bei dem der Gehalt des Bindeharzes 0,15 bis 1 Massenprozent beträgt. Dieses harzbeschichtete magnetische Pulver wird druckgeformt und einer Wärmebehandlung unterworfen.

(3) Als erster Schritt des Herstellungsverfahrens wird eine Lösung, die durch Auflösen eines Teils des Bindeharzes in einem organischen Lösungsmittel hergestellt wurde, mit dem Eisenpulver vermischt und anschließend getrocknet, um ein harzbeschichtetes Eisenpulver zu ergeben, dass das oben genannte Harz in einem Gehalt von 0,3 Massenprozent oder weniger aufweist. Als zweiter Schritt wird ein anderer Teil des Bindeharzpulvers, wie oben beschrieben, zu dem harzbeschichteten Eisenpulver hinzugegeben, um eine Pulvermischung dergestalt zu erzeugen, dass die Gesamtmenge der obigen Harzanteile 0,15 bis 1 Massenprozent beträgt, und diese Pulvermischung wird druckgeformt und der Wärmebehandlung unterworfen.

(4) Bei jedem der oben genannten Herstellungsverfahren wird speziell ein Bindeharzpulver mit einer Partikelgröße von 1 bis 150 µm verwendet. Darüber hinaus kann das Druckformen der Pulvermischung oder des harzbeschichteten Pulver bei normaler Temperatur oder unter Erwärmung auf eine Temperatur, bei der das Bindeharz nicht geschmolzen ist, durchgeführt werden.

[0027] Die Bedingungen der oben genannten Wärmebehandlung und dergleichen in den obigen Verfahren werden im Detail erläutert.

[0028] Als Aspekte des Druckformens gibt es drei Aspekte. Der erste Aspekt ist es, auf eine Temperatur zu erwärmen, bei der das Harz nicht schmilzt, während das Druckformen durchgeführt wird. Der zweite Aspekt ist es, das Druckformen des Pulver ohne Erwärmung durchzuführen und anschließend den geformten Pulverpressling auf eine Temperatur zu erwärmen, bei der das Harz nicht schmilzt. Der dritte Aspekt ist es, auf eine Temperatur zu erwärmen, bei der ein Harz geschmolzen wird. Jede dieser Möglichkeiten ist erlaubt. Die Wärmebehandlung des durch Druck geformten Presslings kann in Luft oder einem Inertgas oder unter verringertem Gasdruck durchgeführt werden, und es gibt ebenfalls den Aspekt, bei dem das Erwärmen bei einer Temperatur durchgeführt wird, bei der eines der verwendeten Harz geschmolzen ist. Beispielsweise ist es möglich, die Erwärmung bei einer Temperatur von 250° bis 400°C im Falle der Verwendung von PPS durchzuführen und bei einer Temperatur von 300° bis 450°C im Falle der Verwendung der thermoplastischen PI. In Fall der Durchführung einer Wärmebehandlung des Pulverpresslings nach der Druckformgebung unter Erwärmung, wird der Pulverpressling, der durch unter Wärmebedingungen durchgeführte Druckformen erhalten wurde, freigegeben und wird einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur unterworfen, bei der zumindest ein Bindeharz in der Luft- oder einer Inertgas-Atmosphäre oder unter vermindertem Druck geschmolzen wird. Es ist bevorzugt, dass der pulverhaltige Magnetkern, der durch Wärmebehandlung eingeschmolzenen Pulverpressling erzeugt wird, ferner einer Wärmebehandlung bei Temperaturen von 150° bis 320°C zur Stabilisierung unterworfen wird.

#### Beispiele

[0029] Nachfolgend wird unter Bezugnahme auf die Beispiele und Vergleichsbeispiele, die Ausgestaltung und die Verdienste der vorliegenden Erfindung beschrieben.

#### Herstellung

[0030] Die folgenden acht Arten von Pulvern (1) bis (8) wurden präpariert.

(1) Zerstäubtes Eisenpulver (Produktnummer: ABC100.30, hergestellt von der Firma Hoeganaes) mit einer Partikelgröße von 150 µm oder weniger (nachfolgend hier als reines Eisenpulver bezeichnet).

(2) mit Phosphorsäure beschichtetes zerstäubtes Eisenpulver (Produktnummer: Somaloy 500, hergestellt von der Firma Hoeganaes, nachfolgend hier als mit Schicht ausgebildetes Eisenpulver bezeichnet) mit einer Partikelgröße von 212 µm oder weniger.

(3) mit Phosphorsäure beschichtetes zerstäubtes, thermoplastisches Polyamidharz enthaltendes Eisenpulver, das hergestellt wurde, indem 0,6 Massenprozent eines thermoplastischen Polyamids (nachfolgend hier als Polyamid bezeichnet) mit dem Rest phosphorsäurebeschichteten zerstäubten Eisenpulver (kommerziell erhältliches Pulver, Somaloy 500, hergestellt von der Firma Hoeganaes) vermischt wird. (Referenz: "Advances in Insulated Powder Technology", von P. Jansson & M. Persson, Hoeganaes AB, präsentiert in Grenoble, Frankreich, September 1997, Soft Magnetic Materials 13).

(4) PPS Pulver (hergestellt von Dainippon Ink & Chemicals, Inc.; nachfolgend hier als PPS bezeichnet) mit einer Partikelgröße von 150 µm oder weniger (–150 µm, minus Siebweite von 150 µm) oder 60 µm oder weniger (–60 µm, minus Siebweite von 60 µm).

(5) Thermoplastische Polyimidpulver (hergestellt von Mitsui Chemicals, Inc.; nachfolgend hier als thermoplasti-

# DE 102 07 133 A 1

sche PI bezeichnet) mit einer Partikelgröße von 150 µm oder weniger (–150 µm) oder 60 µm oder weniger (–60 µm).

(6) Wärmehärtbares Polyamidpulver (hergestellt von Rolannu, nachfolgend hier als thermoplastisches PI bezeichnet) mit einer Partikelgröße von 150 µm oder weniger (–150 µm).

(7) Wärmehärtbares Phenolharzpulver (hergestellt von Dainippon Ink & Chemicals, Inc.; nachfolgend als Phenol bezeichnet) mit einer Partikelgröße von 150 µm oder weniger (–150 µm). 5

(8) Zinkstearatpulver: ein allgemein für die Formgebung eingesetztes Presswerkzeug-Schmiermittel.

## Beispiel 1

### Gehalt an Harz und effektive magnetische Permeabilität des pulverhaltigen Magnetkerns

[0031] Das oben genannte mit Schicht ausgebildete Eisenpulver wurde mit PPS (–150 µm) in der Weise gemischt, dass der Gehalt des Harzes auf die Gesamtmenge 0, 0,15; 0,3; 0,45; 0,60; 0,75; 1,0 bzw. 1,2 Massenprozent betrug und die Pulvermischung wurde druckgeformt zu einer Ringform ( $\phi 10 \times \phi 23 \times 5$  mm) unter einem Formgebungsdruck von 1470 MPa unter Verwendung einer mit einem Zinkstearatpulver beschichteten Form. Der geformte Pressling wurde auf 320°C in Luft für 1 Stunde erwärmt und anschließend auf 240°C abgekühlt und bei dieser Temperatur für 1 Stunde erwärmt. Der Pressling wurde weiter auf Raumtemperatur abgekühlt, um einen pulverhaltigen Magnetkern zu erhalten. Entsprechend wurde das Produkt im Falle der Verwendung eines Pulvers, das kein PPS enthielt, aus einem reinen Pulverkörper gebildet. 10 15 20

[0032] Die effektive magnetische Permeabilität wurde mit einem B-H Analysator gemessen. Die Frequenz betrug 50 Hz oder 500 Hz, und die angelegt magnetische Flussdichte betrug 1T (Tesla). 20

[0033] Die Ergebnisse der Messung der effektive magnetischen Permeabilität sind in den Graphen von Fig. 1 gezeigt. In dem Graphen nimmt die effektive magnetische Permeabilität für 50 Hz annähernd linear ab, entsprechend mit der Zunahme des Harzgehaltes. Auf der anderen Seite ist die effektive magnetische Permeabilität für 500 Hz an dem Punkt niedrig, bei dem kein PPS enthalten ist, und zeigt den Maximalwert, wenn der PPS Gehalt um 0,3 Massenprozent herum liegt. Sie nimmt anschließend allmählich ab, entsprechend mit der Zunahme des PPS Gehaltes im Bereich von 0,3 Massenprozent oder mehr, und erreicht annähernd denselben Wert, wenn der PPS 1 Massenprozent beträgt, wie derjenige an dem Punkt, bei dem kein PPS enthalten ist. 25 30

[0034] Dieses Beispiel zeigt den Fall, bei dem PPS als Bindeharz verwendet wird. Allerdings manifestiert sich dieselbe Tendenz ebenfalls für den Fall der Verwendung der anderen Harzpulver. 30

[0035] Aus den oben bekannten Ergebnissen ist entnehmbar, dass die durchschnittliche Veränderungsrate der effektive magnetischen Permeabilität groß ist im Bereich niedriger Harzgehalte und der Minimalwert der bevorzugten Harzgehalte kann zu ungefähr 0,15 Massenprozent, bezogen auf die Gesamtmasse des Bindeharzes und des magnetischen Pulvers bestimmt werden. Darüber hinaus wird im Bereich hoher Harzgehalte, da die effektive magnetische Permeabilität durch die Zunahme des Massengehaltes abfällt, der Harzgehalt vorzugsweise auf 1,0 Massenprozent oder weniger eingestellt, so dass die effektive magnetische Permeabilität nicht niedriger wird als die eines pulverhaltigen Magnetkerns, der kein Harz enthält. 35 40

## Beispiel 2

### Art des Harzes und Wärmebeständigkeit im Pulvermagnetkern mit reinem Eisenpulver

[0036] Gemäß der Vorschrift des in Tabelle 2 gezeigten Bindeharz wurden das Bindeharzpulver zu dem oben beschriebenen reinen Eisenpulver hinzugegeben und mittels eines V-förmigen Mischers vermischt. Die Partikelgröße des verwendeten PPS und thermoplastischen PI betrug 150 µm oder weniger. Die Mischverhältnisse in den Fällen der Verwendung von Kombinationen der verschiedenen Harzpulver sind in Tabelle 2 gezeigt. 45 50 55 60 65



Tabelle 2

Proben- nummern	Art und Gehalt des Harzpulvers (Massenprozent auf Gesamtmenge)			
	PPS	thermoplastisches PI	wärme- härtbares PI	Phenol
A1	0,15			
A2	0,6			
A3	1,0			
A4		0,6		
A5	0,3		0,3	
A6		0,3	0,3	
A7				0,6

**[0037]** Die Pulvermischung wurde jeweils unter einem Formdruck von 1470 MPa druckgeformt, um einen Pressling mit einer Vollzylinderform ( $\phi 23 \times 5$  mm) auszubilden und einen weiteren Pressling mit einer Hohlzylinderform ( $\phi 10 \times \phi 23 \times 10$  mm). Vor der Formgebung wurde Zinkstearat elektrostatisch auf die Innenwand der Form aufgebracht und die Pulvermischung wurde zum Verdichten in die Form gefüllt. Anschließend wurde der Pressling einer Wärmebehandlung unterworfen, die durchgeführt wurde, indem auf 320°C im Falle des PPS enthaltenen Bindeharzes oder des thermoplastischen PI erwärmt wurde, oder indem auf 150°C in dem Fall des Phenol enthaltenen Bindeharzes erwärmt wurde, für 1 Stunde in einer Stickstoffgasatmosphäre. Danach wurde lediglich in den Fällen des PPS enthaltenen Bindeharzes oder des thermoplastischen PI der Pressling einer stabilisierenden Wärmebehandlung unterworfen, die durchgeführt wurde, indem die Heiztemperatur auf 240°C in Luft für 1 Stunde eingestellt wurde.

**[0038]** Jede Probe in der Form eines Vollzylinders ( $\phi 23 \times 5$  mm) wurde in eine prismatische Form mit  $5 \times 23 \times 5$  mm geschnitten und einer Untersuchung auf Isolierfähigkeit unterworfen. Für die Untersuchung der Isolierfähigkeit wurde der apparente spezifische Widerstand der Probe gemäß dem Vieranschluss-Sondenverfahren gemessen (ein Gleichstrom wird zwischen beiden Enden einer Probe fließen gelassen und der elektrische Widerstand wird gemessen mittels Kontaktieren von zweizwischen ihnen liegenden Anschlüssen) vor und nach dem Erwärmen der Probe für 100 Stunden in einer thermostatischen Kammer mit 200°C, und das Reduktionsverhältnis des Wertes, der nach Erwärmen gemessen wurde, zu dem vor dem Erwärmen wurde für die Untersuchung der Isolierfähigkeit berechnet. Darüber hinaus wurde jede Probe mit Hohlzylinderform ( $\phi 10 \times \phi 23 \times 10$  mm) einer Messung der radialen Druckfestigkeitskonstante bei Raumtemperatur und 200°C unterworfen. Die radiale Druckfestigkeitskonstante war die Maximallast, die die zylindrische Probe vor dem Bersten aufnehmen kann, wenn ein Zylinder bei einer Kompressionsrate von 0,5 mm/min komprimiert wird. Tabelle 3 zeigt die Ergebnisse der Messungen des apparenten spezifischen Widerstands und der radialen Druckfestigkeitskonstante bei Raumtemperatur und 200°C.

# DE 102 07 133 A 1

Tabelle 3

Proben- nummer	apparenter spezifischer Widerstand in (mΩ x cm)			radiale Druck- festigkeitskon- stante (in MPa)		5	
Anfangs- wert	nach dem Erwärmen	Reduktions- verhältnis (%)	Raum- temp.	200°C	Redukt- ionsver- hältnis	10	
A1	2,0	1,1	45	185	150	19	15
A2	5,0	3,5	30	110	80	27	
A3	7,0	5,7	19	75	50	33	
A4	5,0	3,5	30	110	90	18	20
A5	5,0	4,3	14	110	80	27	
A6	5,0	4,5	10	110	85	23	
A7	7,0	1,2	83	90	30	67	25

## Auswertung

[0039] Der apparente spezifische Widerstand nimmt linear als Funktion mit der Zunahme im Harzgehalt zu. Obwohl die Werte des apparenten spezifischen Widerstands unterschiedlich zwischen den Proben sind, in denen der Harzgehalt 0,15 Massenprozent und 1 Massenprozent beträgt, kann jede von die in der Praxis angewandt werden, berücksichtigt man Anwendung des Pulvermagnetkerns. Hinsichtlich des apparenten spezifischen Widerstandes vor und nach dem Erwärmen in Abhängigkeit von der Art des Harzes sind die Veränderungsgrade vor und nach dem Erwärmen ungefähr dieselben im Falle der Pulvermagnetkerne, die PPS enthalten (Probe A1 bis Probe A3), selbst wenn die Harzgehalte unterschiedlich sind, und das Reduktionsverhältnis (Veränderungsverhältnis) wird klein, wenn der Harzgehalt groß ist. Dasselbe Phänomen wird ebenfalls im Falle eines Pulvermagnetkerns beobachtet, der thermoplastisches PI enthält (Probe A4). Wenn PPS wärmehärtbares PI enthält (Probe A5), und wenn thermoplastisches PI wärmehärtbares PI enthält (Probe A6) ist die Größe der Veränderung des apparenten spezifischen Widerstandes kleiner als der von PPS. Im Vergleich dazu hat der Phenol enthaltende Pulvermagnetkern (Probe A7) einen apparenten spezifischen Widerstand vor dem Erwärmen, der höher ist als derjenige des Pulvermagnetkerns, der PPS und dergleichen enthält, allerdings zeigt er einen weitaus größeren Änderungsgrad nach dem Erwärmen und ergibt einen extrem niedrigen apparenten spezifischen Widerstand nach dem Erwärmen.

[0040] Die radiale Druckfestigkeitskonstante wird kleiner bei steigendem Harzgehalt. Der Unterschied in der radialen Druckfestigkeitskonstante zwischen Raumtemperatur und 200°C ist ungefähr derselbe in beiden Fällen von PPS enthaltenden (Proben A1 bis A3) und thermoplastisches PI (Probe A4) enthaltende Proben. Allerdings besitzt der Phenol (Probe A7) enthaltende Pulvermagnetkern eine niedrige Festigkeit bei Raumtemperatur und besitzt ebenfalls eine niedrige Festigkeit bei 200°C.

## Beispiel 3

Art des Harzes und die Wärmebeständigkeit von pulverhaltigen Magnetkernen, die Eisenpulver mit einer Schicht aufweisen

[0041] Gemäß der Vorschrift des in Tabelle 4 gezeigten Bindeharzes wird das Bindeharzpulver zu dem oben beschriebenen mit einer Schicht ausgebildeten Eisenpulver hinzugefügt, um eine Pulvermischung zu erhalten. Vorliegend wird als Polyamid von Probe B16, die Probe B16 ist ein kommerziell erhältliches Pulver, das hergestellt wird durch Mischen eines Polyamids in einer Menge von 0,6 Massenprozent mit dem oben beschriebenen Phosphorsäure beschichteten zerstäubten Eisenpulver (Somaloy 500). Probe B13 ist eine Pulvermischung, die erhalten wurde durch Hinzugeben einer Lösung, die durch Hinzufügen von N-Methyl-2-Pyrrolidon als organisches Lösungsmittel zu PPS erhalten wurde, zu einem mit Schicht versehenen Eisenpulver, Mischen und Trocknen derselben, um ein beschichtetes magnetisches Pulver mit einem PPS Gehalt von 0,15 Massenprozent zu erhalten, und ferner Mischen des Pulvers mit PPS zu einem PPS Gehalt, der 0,6 Massenprozent beträgt. Die anderen Pulvermischungen wurden hergestellt, indem das Harzpulver zu dem mit Schicht ausgebildeten Eisenpulver hinzugefügt wurde und diese in einem V-förmigen Mischer vermischt wurden. Proben B14 bis 16 wurden zum Vergleich hergestellt. Jede Pulvermischung wurde druckgeformt in einen Pressling mit Vollzylinderform ( $\phi 23 \times 5$  mm) und einen Pressling mit Hohlzylinderform ( $\phi 10 \times \phi 23 \times 10$  mm) unter denselben Bedingungen, wie oben in Beispiel 2 beschrieben.

[0042] Anschließend wurde der Pressling einer Wärmebehandlung unterworfen, die durchgeführt wurde durch Erwär-

# DE 102 07 133 A 1

men bei 320°C im Falle des Bindeharzes, das PPS thermoplastisches PIs enthält, oder durch Erwärmen bei 200°C im Falle des wärmehärtbaren PI enthaltenden Bindeharzes, oder durch Erwärmen bei 150°C im Falle des Phenol enthaltenden Bindeharzes oder Erwärmen bei 275°C im Falle des ein Polyamid enthaltenden Bindeharzes für 1 h in einer Stickstoffgas-Atmosphäre. Für Probe B12 wurde die Wärmebehandlung in Luft durchgeführt. Danach wurde lediglich in den Fällen des PPS oder thermoplastisches PI enthaltenden Bindeharzes der Pressling einer stabilisierenden Wärmebehandlung unterworfen, die durchgeführt wurde, indem die Erwärmungstemperatur auf 240°C in Luft für 1 Stunde eingestellt wurde.

Tabelle 4

10	Probennr.	Art und Gehalt des Harzpulvers (Massen-% auf Gesamtmasse)					
15		PPS (-150 μm)	PPS (-60 μm)	Thermo- plasti- sches PI (-150 μm)	Thermo- plasti- sches PI (-60 μm)	Wärehärt- bares PI	Phenol Polyamid
20	B1	0,15					
25	B2	0,3					
	B3	0,6					
	B4	1,0					
30	B5	0,1		0,05			
	B6	0,3		0,3			
	B7			0,6			
35	B8	0,3				0,3	
	B9			0,3		0,3	
	B10		0,6				
40	B11				0,6		
	B12	0,6					
	B13	0,6					
45	B14					0,6	
	B15						0,6
	B16						0,6

[0043] In Übereinstimmung mit den gleichen Weisen, wie in Beispiel 2 oben beschrieben, wurde der Pressling einer Messung des apparenten spezifischen Widerstandes vor und nach dem Erwärmen auf eine Temperatur von 200°C für 100 Stunden unterworfen und der radialen Druckfestigkeitskonstante bei Raumtemperatur und bei 200°C. Die Ergebnisse der Messung sind in Tabelle 5 gezeigt.

# DE 102 07 133 A 1

Tabelle 5

Proben- nummer	Apparenter spezifischer Widerstand ( $m\Omega \cdot cm$ )			Radiale Druckfestigkeits- konstante (MPa)			
	Anfangs- wert	Nach dem Erwärmen	Reduk- tions- verhält- nis (%)	Raum- tempe- ratur	200° C	Reduk- tions- Verhält- nis (%)	
B1	5,0	3,5	30	185	150	19	15
B2	8,0	6,0	25	155	120	23	
B3	12,0	10,0	17	110	80	27	
B4	17,5	16,0	9	75	50	33	20
B5	5,5	3,5	30	185	150	19	
B6	12,0	10,0	17	110	80	27	
B7	12,0	10,0	17	110	95	14	25
B8	12,0	11,0	8	110	80	27	
B9	12,0	11,5	4	110	80	27	
B10	15,0	13,5	13	130	100	23	30
B11	15,0	13,0	10	110	90	18	
B12	17,0	13,0	24	110	80	27	
B13	13,0	12,0	8	110	85	23	35
B14	9,0	8,0	11	90	70	22	
B15	10,0	4,0	60	90	30	67	
B16	8,0	3,0	63	90	20	78	40

## Auswertung

[0044] Im Falle der Verwendung von mit Schicht ausgebildeter Eisenpulver ist der apparente spezifische Widerstand des pulverhaltigen Magnetkerns größer als der bei Verwendung eines reinen Eisenpulvers. Es wird erkannt, dass die Isolierung des Eisenpulvers durch die Gegenwart einer Schicht mit einer Phosphorsäureverbindung verbessert wird. Sie zeigt genau wie im Falle eines reinen Eisenpulvers einen Anstieg des apparenten spezifischen Widerstands in einer Linearfunktion durch Erhöhung des Harzgehaltes. Bezogen auf die Art des Harzes zeigt der apparente spezifische Widerstand vor und nach dem Erwärmen im Falle von PPS enthaltenden Harzen annähernd denselben Veränderungsgrad ungeachtet des Harzgehaltes, und das Reduktionsverhältnis (Veränderungsverhältnis) wird gering, entsprechend mit der Zunahme des Harzgehaltes. Darüber hinaus zeigt der pulverhaltige Magnetkern annähernd dieselbe Tendenz in den Eigenschaften bei den Fällen der Verwendung einer Pulvermischung, die eines der PPS Pulver mit einer Partikelgröße von -150 µm, eine Mischung dieses PPS Pulvers mit thermoplastischem PI oder wärmehärtbarem PI, thermoplastisches PI Pulver mit einer Partikelgröße von -150 µm und eine Mischung dieses thermoplastischen PIs mit wärmehärtbarem PI enthält. Allerdings ist anhand einer detaillierteren Abschätzung bekannt, dass die Verringerungsverhältnisse des apparenten spezifischen Widerstandes durch Wärme im Falle der Zugabe von thermoplastischem PI zu PPS Pulver oder thermoplastischem PI Pulver gering ist.

[0045] Wenn das verwendete Harzpulver eine Partikelgröße von -60 µm besitzt, ist der apparente spezifische Widerstand vor und nach dem Erwärmen höher als derjenige einer Partikelgröße, die -150 µm beträgt, sowohl im Falle von PPS oder thermoplastischem PI. Der pulverhaltige Magnetkern, der aus der Mischung der Probe B3 durch Nassvermischen des PPS Pulvers hergestellt wurde, um eine Harzbeschichtung zu erhalten, hat einen geringfügig höheren apparenten spezifischen Widerstand als der einer Mischung, die durch Trockenmischen im Pulverzustand erhalten wurde. Probe B13, die durch Durchführen der Wärmebehandlung in Luft erhalten wurde, zeigt eine große Verringerung des apparenten spezifischen Widerstandes durch Wärme, die allerdings höher ist als diejenige im Falle des Erwärmens in einem Stickstoffgas. Im Vergleich dazu ist in jeder der Proben, die Phenol enthalten (Proben B15), und der Probe, die ein Polyamid enthalten (Probe B16), der Anfangswert des apparenten spezifischen Widerstandes niedrig und die Menge der Verringerung durch Wärme groß. Darüber hinaus ist in der Probe, die lediglich wärmehärtbares PI als Bindeharz enthält (Probe

B14), der apparente spezifische Widerstand niedrig, obwohl der Verringerungsgrad davon durch Wärme gering ist.

[0046] Im Hinblick auf die radiale Druckfestigkeit sind die Werte von den Proben, die das mit Schicht ausgebildete Eisenpulver verwenden, annähernd auf demselben Niveau wie diejenigen, die das reine Eisenpulver verwenden, und sowohl die Beziehung mit dem Harzgehalt und dem Reduktionsgrad davon bei Erwärmung auf 200°C zeigen zusammen dieselbe Tendenz. Es wird kein Unterschied oder Effekt gefunden, der verursacht wird durch die Partikelgröße des Harz-  
 5 pulvers, der Durchführung einer Nassbeschichtung des Harzes oder der Art der Atmosphäre, in der die Wärmebehandlung durchgeführt wird. Ferner zeigen die Werte der radialen Druckfestigkeitskonstante dieselbe Größenordnung wie die Werte des apparenten spezifischen Widerstands an, wie folgt. In der Probe, die Phenol oder ein Polyamid enthält, ist der Anfangswert nämlich niedrig und der Verringerungsgrad durch Wärme ist groß im Vergleich mit denjenigen, die PPS  
 10 oder härtpbares PI enthalten, und in Proben, die wärmehärtbares PI enthalten, ist die radiale Druckfestigkeitskonstante niedrig obwohl der Reduktionsgrad davon durch Wärme gering ist.

[0047] Wie oben beschrieben wird der erfindungsgemäße pulverhaltige Magnetkern erhalten, indem ein Eisenpulver oder ein Eisenpulver, das eine Schicht mit einer Phosphorsäureverbindung auf seiner Oberfläche trägt, mit einem Bindeharz vermischt wird, das ein PPS Harz oder wärmehärtbares PI Harz umfasst und gegebenenfalls ein Harz umfasst, das eine relativ hohe Glasübergangstemperatur aufweist, in einer Menge von 0,15 bis 1 Massenprozent. Gemäß der obigen  
 15 Ausgestaltung besitzt der pulverhaltige Magnetkern der vorliegenden Erfindung eine hohe magnetische Permeabilität, zeigt ausgezeichnete Eigenschaften insbesondere bei Verwendung in einem Hochfrequenzbereich und zeigt hohen spezifischen Widerstand und ständige Festigkeit gegenüber Hitze selbst im Falle des Einsatzes in einer Hochtemperaturumgebung. Daher ist es möglich, dass der pulverhaltige Magnetkern der vorliegenden Erfindung zu der Verbesserung der Fähigkeiten und Größenverringern einer Vorrichtung beitragen kann und der Anwendungsbereich von pulverhaltigen  
 20 Magnetkernen kann vergrößert werden.

[0048] Es sollte verstanden werden, dass die Erfindung in keiner Weise auf die obigen Ausführungsformen beschränkt ist und dass viele Veränderungen angebracht werden können, ohne vom Umfang der Erfindung wie in den beigefügten Ansprüchen definiert abzuweichen.

#### Patentansprüche

1. Pulverhaltiger Magnetkern, der umfasst:  
 Magnetische Partikel, die Eisen umfassen; und  
 30 ein Bindeharz, das die magnetischen Partikel in den pulverhaltigen Magnetkern integriert, wobei der Gehalt des Bindeharzes in dem pulverhaltigen Magnetkern im Bereich von 0,15 bis 1 Massenprozent liegt und das Bindeharz ein Hauptharz umfasst, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Polyphenylensulfid und thermoplastischem Polyimid besteht.
2. Der pulverhaltige Magnetkern nach Anspruch 1, wobei die magnetischen Partikel eine Schicht einer Phosphorsäureverbindung aufweisen, die auf der Oberfläche der magnetischen Partikel aufgebracht ist.
3. Der pulverhaltige Magnetkern nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Bindeharz eine Harzmischung ist, die Polyphenylensulfid und thermoplastisches Polyimid umfasst, oder eine Harzmischung, die das Hauptharz und ein zusätzliches Harz umfasst, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als die Glasübergangstemperatur des Hauptharzes.
4. Der pulverhaltige Magnetkern nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Bindeharz eine Harzmischung ist, die Polyphenylensulfid, thermoplastisches Polyimid und ein Harz umfasst, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als die Glasübergangstemperatur von Polyphenylensulfid.
5. Der pulverhaltige Magnetkern nach Anspruch 3, wobei das zusätzliche Harz ein erstes Harz oder ein zweites Harz ist, wobei das erste Harz aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus nicht thermoplastischem Polyimid, Polyamidimidharz und Polyaminobismaleinimid besteht und das zweite Harz aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Polyphenylenoxid, Polysulfon, Polyethersulfon, Polyarylat und Polyetherimid besteht.
6. Der pulverhaltige Magnetkern nach Anspruch 3, wobei der Gehalt des zusätzlichen Harzes die Hälfte oder weniger als der Gehalt des Bindeharzes beträgt.
7. Verfahren zur Herstellung eines pulverhaltigen Magnetkerns, das umfasst:  
 50 Herstellen einer Mischung aus magnetischen Partikeln, die Eisen umfassen, und einem Bindeharz, das ein Hauptharz umfasst, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Polyphenylensulfid und thermoplastischem Polyimid besteht, wobei der Gehalt des Bindeharzes in der Mischung im Bereich von 0,15 bis 1 Massenprozent liegt; Druckformen der Mischung, um die magnetischen Partikel in einen Pressling der Mischung zu integrieren; und Unterwerfen des Presslings der Mischung einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur, bei der das Bindeharz  
 55 schmilzt, wodurch der pulverhaltige Magnetkern hergestellt wird.
8. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei die Herstellung der Mischung umfasst:  
 Herstellen einer Lösung des Bindeharzes in einem organischen Lösungsmittel;  
 Mischen der Lösung mit den magnetischen Partikeln; und  
 Trocknen der Misch-Lösung, um das organische Lösungsmittel aus der Misch-Lösung zu entfernen, wodurch magnetische Partikel bereitgestellt werden, die mit dem Bindeharz beschichtet sind.
9. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei die Herstellung der Mischung umfasst:  
 Herstellen einer Lösung, die einen Teil des Bindeharzes in einem organischen Lösungsmittel enthält;  
 Mischen der Lösung mit den magnetischen Partikeln;  
 Trocknen der Misch-Lösung, um das organische Lösungsmittel aus der Misch-Lösung zu entfernen, wodurch harzbeschichtete magnetische Partikel bereitgestellt werden; und  
 65 Mischen des anderen Teils des Bindeharzes mit den harzbeschichteten magnetischen Partikeln, wobei die Menge des Bindeharzes, das in der Misch-Lösung enthalten ist, 0,3 Massenprozent oder weniger der Mischung entspricht.

## DE 102 07 133 A 1

10. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei das Herstellen der Mischung umfasst:  
Mischen der magnetischen Partikel mit dem Bindeharz, das in Pulverform mit einer Partikelgröße von 1 bis 150 µm vorliegt.
11. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei die Mischung im Verlauf des Druckformens auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das Bindeharz nicht schmilzt. 5
12. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei das Druckformen der Mischung umfasst:  
ein primäres Druckformen der Mischung zu einem primären Pressling ohne Wärme; und  
ein sekundäres Druckformen des Vorläufer-Presslings unter Erwärmung auf eine Temperatur, bei der das Bindeharz nicht schmilzt.
13. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei die Mischung im Verlauf des Druckformens auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das Bindeharz erweicht oder schmilzt. 10
14. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, wobei das Bindeharz eine Harzmischung ist, die das Hauptharz und ein zusätzliches Harz umfasst, dessen Glasübergangstemperatur höher ist als die Glasübergangstemperatur des Hauptharzes, und die Wärmebehandlung des Pressling in Luft oder in einer Inertgas-Atmosphäre oder verringertem Gasdruck bei einer Temperatur durchgeführt wird, bei der zumindest ein Teil des Bindeharzes geschmolzen ist. 15
15. Herstellungsverfahren nach Anspruch 7, das ferner umfasst:  
Unterwerfen des pulverhaltigen Magnetkerns nach der Wärmebehandlung einer weiteren Wärmebehandlung, in der die Temperatur des pulverhaltigen Magnetkerns in einem Bereich von 150 bis 320°C für eine zuvor bestimmte Zeitdauer gehalten wird.
16. Herstellungsverfahren nach einem der Ansprüche 7–15, wobei die magnetischen Partikel eine Schicht einer Phosphorsäureverbindung aufweisen, die auf der Oberfläche der magnetischen Partikel bereitgestellt ist. 20

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

---

25

30

35

40

45

50

55

60

65

FIG.1

